SNI 06-0126-1987

Standar Nasional Indonesia

Karbon dioksida padat (es kering)

ICS 71.060.20

Daftar Isi

Halaman

Karbon dioksida padat (es kering)

1. Ruang lingkup

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, cara pengemasan dan syarat penandaan karbon dioksida padat (es kering).

2. Definisi

Karbon dioksida padat (es kering) adalah wujud padat dari karbon dioksida dengan rumus kimia CO_2 , komoditi ini dalam perdagangan pada umumnya berbentuk blok atau *nugget*.

3. Syarat mutu

Syarat mutu karbon dioksida padat (es kering) ialah seperti pada tabel di bawah ini.

Tabel 1
Syarat mutu

No.	Uraian	Persyaratan
1.	Karbon dioksida	min. 99,7 %volume
2.	Karbon monoksida	maks. 10 ppm
3.	Minyak	maks. 5 ppm
4.	Senyawa belerang dihitung sebagai H_2S	maks. 0,5 ppm
5.	A i r	maks. 0,05 % berat
6.	Arsen	tak ternyata

4. Cara pengambilan contoh

Sesuai dengan SII. 0426–81, Petunjuk pengambilan contoh padatan.

5. Cara uji

5.1 Penyiapan contoh uji

Contoh disiapkan dalam bejana penguap (Gambar 1).
Prosedur:
- Alat dibuka dan dikeringkan.
- Isi padatan es kering 2 - 3 kg.

- Tutup bejana secepatnya rapatkan kuat-kuat penutup dengan baut pengikat.
- Kran dan katup pengaman dibuka selama 20 menit.
- Tutup katup pengaman dan melalui pipa katup, uap/gas diisap dengan vakum selama 5 menit. Setelah itu katup ditutup dan tekanan dibiarkan naik.
- Selanjutnya uap/gas dapat dipakai sebagai contoh.

5.2 Karbon dioksida

5.2.1 Prinsip

Karbon dioksida diuji dengan cara orsat. Gas CO_2 dari bejana penguap dialirkan ke dalam alat orsat dan ditentukan kadarnya secara absorpsi dengan larutan KOH. Persen CO_2 dihitung dari berkurangnya volume asal gas yang dianalisa.

5.2.2 Pereaksi

Larutan KOH 35 %

5.2.3 Peralatan

Alat orsat (Gambar 2).

5.2.4 Prosedur

- Alirkan gas contoh dari bejana penguap.
- Buang aliran gas contoh ke udara melalui katup T selama 1 menit.
- Isikan gas contoh ke dalam buret orsat, diamkan selama 10 menit menyesuaikan suhu dengan suhu ruangan.
- Tempatkan volume gas pada batas 100 ml.
- Absorpsikan pada larutan KOH 35
- Baca sisa volume gas dalam buret.
- Lakukan beberapa kali, hingga sisa gas tidak berubah lagi.

5.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar } CO_2 = \frac{100 - V}{100} \times 100\%$$

5.3 Karbon monoksida

5.3.1 Prinsip

Karbon monoksida diuji dengan cara titrasi. Karbon monoksida dioksida menjadi karbon dioksida oleh Iodium pentoksida (I_2O_5). Kemudian Iodine (I_2) yang terjadi sebagai hasil reduksi pada reaksi ini diserap oleh larutan kalium Iodida dan dititar dengan larutan natrium tiosulfat.

5.3.2 Pereaksi

- Larutan KI 10 %
- 0,002 N larutan Tio.
- Iodium pentoksida (I205).

5.3.3 Peralatan

- Bejana penguap contoh.
- Meteran arus untuk 200 ml/merit.
- Tabung pemanas dari silika transparan 1,25 cm panjang 10 cm berisi Iodium pentoksida (1205) berlapis wol kaca, serta pemanas untuk suhu 150-160 °C.
- Mikro buret.
- Pipet 10 ml.
- 3 tabung U penyerap air berisi P_2O_5.

5.3.4 Prosedur

- Pasang rangkaian alat seperti gambar 3.
- Panaskan penangas pada 150 - 160 °C.
- Buka aliran contoh dari bejana penguap dengan kecepatan 200 ml/merit. Biarkan contoh membilas rangkaian selama 5 menit dan buang arus gas melalui katup T ke arah luar.
- Setelah 5 menit alihkan melalui katup T arus gas ke arah penampang 10 ml
- KI 10 %.
- Hentikan aliran contoh bila volume contoh yang dianalisa sudah mencapai 10.000 ml dan catat volume contoh yang dianalisa.
- Titar larutan penyerap dengan 0,002 N tio.
- Catat penitar yang dipakai.

5.3.5 Perhitungan

1 ml 0.002 N tio = 0.112 ml CO.

5.4 Kadar air

5.4.1 Prinsip

Kadar air diuji dengan cara fosfor pentoksida. Gas CO_2 dari bejana penguap dialirkan pada volume tertentu melalui tabung-tabung yang berisi P_2O_5. Air dalam gas akan diserap oleh P_2O_5. Dari tambahnya berat tabung U, dapat ditetapkan kadar air yang terkandung dalam contoh.

5.4.2 Pereaksi

Fosfor pentoksida (P_2O_5) p.a

5.4.3 Peralatan

- 3 tabung penyerap berbentuk U yang masing-masing berlengan dua bertutup asah (Gambar 4).
- Meteran arus (bila perlu) dengan kemampuan 200 - 2000 ml/menit
- Meteran gas (wet gas meter) dikalibrasi untuk 1 atau 2,5 liter tiap putaran

5.4.4 Prosedur

1) Penetapan berat awal tabung U

   Pasang tabung U yang sudah berisi penyerap pada rangkaian peralatan seperti Gambar 4.

   Buka dengan hati-hati katup gas contoh pada bejana penguap, sementara katup T pada saluran dibuka ke udara bebas.

   Atur aliran gas sekitar 0,5 liter/menit.

   Alihkan arah arus gas ke dalam rangkaian penyerap selama 10 menit, kemudian tutup semua katup dari arah contoh.

   Setelah jarum arus gas pada meteran berhenti berputar, lepaskan tabung-tabung penyerap dari rangkaian dan tutup secepatnya semua bagian yang terbuka, biarkan selama 20 menit pada kondisi ruangan. Kemudian bersihkan tabung U dengan kain lunak dan timbang. Berat yang tertimbang merupakan berat awal tabung penyerap.

2) Penetapan kadar air

   Sambung kembali secepatnya tabung-tabung penyerap.

   Catat pembacaan skala pada meteran gas, selanjutnya kerjakan kembali seperti pada 1), dengan kecepatan arus sekitar 0,5 liter/menit selama 20 menit. Catat pembacasn skala meteran gas dan kerjakan kembali penimbangan tabung-tabung penyerap seperti pada 1).

5.4.5 Perhitungan

1) Kadar air $\frac{W_2 - W_1}{W_3} \times 100\%$

W_1 adalah Berat awal tabung U sebelum absorpsi (gram)

W_2 adalah Berat tabung U sesudah absorpsi (gram)

W_3 adalah Berat gas yang dialirkan yang dapat dihitung dengan rumus

rumus: $W_3 = \frac{(P - p)V}{760} \times \frac{273}{T} \times d$

P adalah Tekanan udara (mm Hg)

V adalah Volume contoh
T adalah Suhu absolut
P adalah Tekanan uap jenuh (mm Hg)
d adalah Densiti gas pada 0 °C, 760 mm Hg

2) Kadar air dalam persen menurut massa

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{54{,}29\,(m_1 - m_2)}{V_3}$$

V_3 adalah Volume pada suhu 20 °C dan tekanan 760 mm Hg dari gas yang lewat dalam liter.
m_1 adalah Massa tabung U setelah absorpsi, dalam gram
m_2 adalah Massa tabung U sebelum absorpsi, dalam gram.

Catatan
- Bila perlu untuk kadar air dipasang dalam waktu 1 jam.
- Analisa dilakukan triplo untuk setiap contoh.
- Rumus untuk perhitungan kadar air bisa dipilih salah satu dari rumus 1) atau rumus 2).
- Suhu sambungan peralatan diusahakan selalu di atas titik embun (dew point) untuk mencegah kondensasi uap air sebelum sampai ke penyerap.

5.5 Kadar Minyak

5.5.1 Prinsip

Kadar minyak diuji dengan cara spektrometer infra merah. Padatan CO_2 (dengan berat tertentu) diuapkan.
Minyak yang tertinggal sebagai residu dapat dilarutkan dengan CCl_4 sedangkan minyak ringan yag turut menguap bersama gas CO_2 ditampung dan dialirkan ke dalam CCl_4 pada penampung bubler. Minyak akan larut. Jumlah minyak yang terlarut dalam CCl_4 yang berasal dari contoh kadarnya dengan spektrometer infra merah pada 3,46 u.

5.5.2 Pereaksi

- Karbon tetra klorida (CCl_4) p.a.
- Minyak baku 0,2 mg/ml yaitu 0,0200 g parafin dilarutkan dalam 100 ml CCl_4

5.5.3 Peralatan

- Labu penguap lengkap dengan tutup katup asah (Gambar5).
- Bejana air perendam lengkap circum stat.

- 2 buah bubler.
- Botol dreschsel kapasitas 200 ml.
- Meteran gas (*Wet gas meter*), dikalibrasi untuk 1 atau 2,5 liter tiap putaran.
- Spektrometer infra merah dan pelengkapnya untuk pengukuran pada 3,46 u.

5.5.4 Prosedur

1) Pengambilan atau persiapan larutan contoh
   - Karbon dioksida padat dipotong kecil-kecil (dengan pemotong pada tempat yang bebas minyak), dengan ukuran yang dapat di sukkan labu penguap.
   - Isi secepatnya labu penguap kering bebas minyak (yang sudah dibilas CCl_4) dengan karbon dioksida padat sampai kira-kira 3/4 isi labu
   - Tutup dengan penutup katup asah, sambung dengan rangkaian p latan seperti pada gambar 5.
   - Buka katup penutup, biarkan gas mengalir ke rangkaian peralatan
   - Rendamkan labu penguap pada circumstat hingga permukaan karbon dioksida padat dalam labu penguap berada di bawah permukaan air perendam circumstat. Jaga jangan sampai terjadi bekuan es pada permukaan labu penguap.

   Catatan
   Karbon tetra klorida turut menguap. Bila penampung CCl_4 sudah berkurang banyaknya, hentikan dahulu aliran gas dan tambah kembali penampung dengan CCl_4, catat banyaknya, kemudian lanjutkan penguapan hingga contoh karbon dioksida padat habis teruapkan.
   - Catat volume gas yang dipergunakan/mengalir melalui wet gas meter.
   - Bilas labu penguap dan katup-katup sambungan dengan 50 ml CCl_4.
   - Satukan semna larutan CCl_4, cuci semua peralatan penyerap dengan
   - CCl_4 dan tampung semna larutan pencuci kedalam larutan contoh.
   - Tepatkan volume larutan hingga volume tertentu dan bila perlu melalui penguapan pada temperatur rendah.

2) Persiapan larutan blangko contoh
Siapkan jumlah volume karbon tetra klorida yang jumlahnya sama dengan yang dipakai untuk melarutkan dan membilas pada persiapan contoh. Tepatkan seperti pada volume larutan contoh (bila perlu ditepatkan dengan cara penguapan pada suhu rendah).

3) Persiapan grafik kalibrasi standar

Siapkan deret larutan baku dengan konsentrasi tertentu yang dalam pengukuran dengan spektrometer infra merah pada ± 3,46 u penunjukan dapat berada pada skala meter alat. Buat grafik hasil kalibrasi standar yang merupakan hubungan ant rapat optik dengan konsentrasi standar.

4) Pengukuran contoh

Ukur rapat optik larutan contoh pada 3,46 u dan baca hasilnya grafik standar.

5.5.5 Perhitungan

Kadar minyak bagian per juta dalam massa.

$$= \frac{M_4 - M_5}{M_6}$$

Keterangan :

M_4 adalah Massa dari minyak dalam larutan uji, dalam mikro gram.
M_5 adalah Massa dari minyak dalam larutan blangko kontrol, dalam mikro gram.
M_6 adalah Massa dari contoh yang dipakai dalam gram.

5.6 Senyawa belerang

5.6.1 Prinsip

Senyawa belerang dinji dengan cara titrasi.
Gas CO_2 dari bejana penguap bersama hidrogen murni dialirkan melalui sili ka wol pada 900 °C.
Hidrogen sulfida yang dihasilkan kemudian diserap oleh larutan kadmium klorida netral.
Belerang direaksikan dengan sejumlah lodine yang diketahui banyaknya dan kelebihan lodine ditentukan dengan titrasi oleh larutan natrium tiosulfat.

5.6.2 Pereaksi

Pereaksi yang dipakai haruslah kwalitas pereaksi analitis yang diakui.

- Air yang dipakai sesuai dengan SII. 0071 - 75, Air minum
- Hidrogen, gas yang dihasilkan secara elektrolitis.
- HCl pekat.
- Soda kapur Ca $(HCO_3)_2$
- Larutan kadmium klorida netral.
- 0,02 N larutan tio.
- 0,02 N larutan lodium.
- Indikator kanji.

5.6.3 Peralatan (lihat Gambar 6)

- Meteran arus yang sesuai untuk mengukur arus hidrogen dari 200
- 2000 ml/menit.
- Meteran arus yang sesuai untuk mengukur arus karbon dioksida dari 200
- 2000 ml/menit.
- Dua tabung penangas dari silika transparan.
- Penangas dan kontrol.
- Tabung penyerap yang sesuai.
- Tabung "Y"
- B u r e t.
- P i p e t.

5.6.4 Prosedur

- Persiapan

  Gas CO dari bejana penguap dialirkan ke dalam silinder, kemudian dihubungkan ke alat seperti pada gambar 6.
- Penentuan

  Masukkan 25 ml larutan kadmium klorida netral ke dalam alat penyerap, kemudian hubungkan dengan alat seperti pada gambar 6.

  Alirkan hidrogen dengan kecepatan 500 ml tiap menit melalui tabung penangas yang dingin selama 5 menit untuk memurnikan sistim udara sebelum pemanasan dimulai. Kemudian naikkan suhu penangas sampai 900 °C.

Alirkan gas CO_2 dari bejana penguap bersama-sama hidrogen ke dalam sistim dengan kecepatan arus yang sama selama 2 jam, dan tungku dipertahankan pada suhu 900 °C.

Catat waktu awal dan akhir percobaan dan berat CO yang diketahui melalui alat. Putuskanlah hubungan dengan bubbler dan tutup silinder hidrogen. Pindahkan pancuran dari penyerap dan caci dengan air sedikit dengan menambahkan air cucian pada sisa larutan kadmium klorida. Dengan pipet tambahkan 2 ml larutan lodine pada bubbler, kemudian 2 ml HCl pekat. Titar kelebihan lodine dengan larutan tio dengan memakai larutan indikator kanji.

5.6.5 Perhitungan

Persenyawaan belerang dinyatakan sebagai belerang bagian per juta dalam massa.

$$= \frac{320\ (2.00 - V)}{M_7}$$

Keterangan :

V adalah Volume dari 0,02 N larutan tio yang digunakan dalam ml.

M_7 adalah Massa dari contoh dalam gram. Ini dapat dihitung dengan memakai rumus: $M_7 = 0{,}000184 \times A \times t$

A adalah Tingkat arus per menit pada 20 °C dan 760 mm Hg, dari CO_2 dalam ml.

t adalah waktu aliran dalam menit.

5.7 Penetapan arsen

5.7.1 Prinsip

Arsen dapat dibebaskan sebagai AsH_3 oleh logam Zn dalam larutan asam pada generator Gutzeit.
Arsen bebas akan membentuk warna kuning sampai coklat pada kertas uji yang telah direndam dalam larutan merkuri bromide ($HgBr_2$) dalam alkohol.

5.7.2 Pereaksi

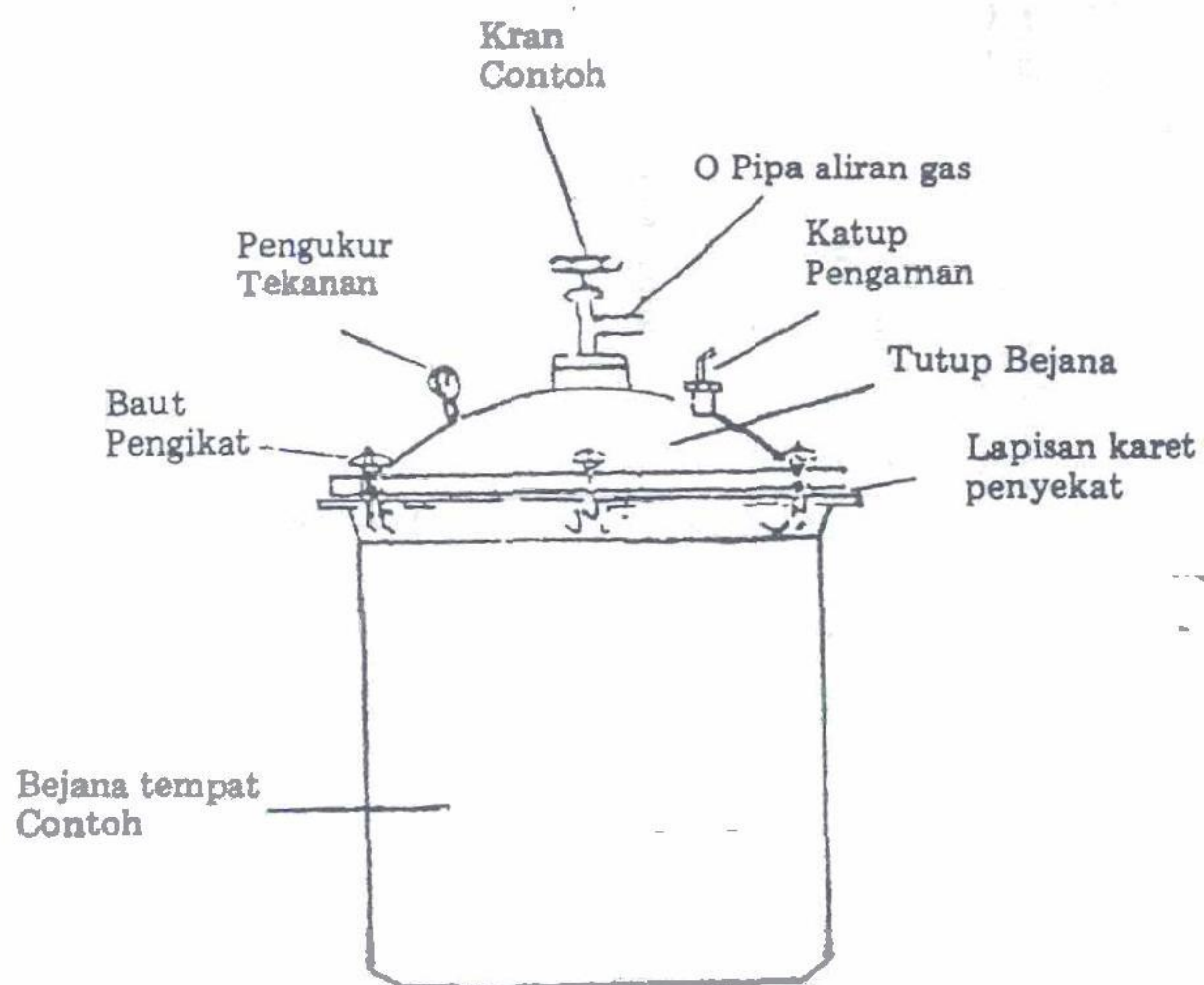
- H_2SO_4 pekat p.a.
- HNO_3 pekat p.a.
- Larutan timbal asetat 10 % dalam air.
- Kertas merkuri bromide. Kertas earing ukuran 2,5 mm/12,5 cm, dicelupkan ke dalam larutan merkuri bromide selama 1 jam lalu kering
- Larutan $HgBr_2$ 3 % dalam etanol 95 % p.a.
- Larutan KI 15 %.
- Larutan 40 g $SnCl_2.2H_2O$ dalam 100 ml
- Larutan pekat HCl p.a.
- Logam Zn, ukuran 20 – 30 mesh.
- Pembuatan kolom reaksi:
  1) Dicelupkan satu ujung gulungan kapas (2 5 cm) ke dalam larutan timbal asetat, kemudian masukkan kolom reaksi A (lihat Gambar 8).
  2) Masukkan kertas uji yang telah dicelupkan dalam larutan $HgBr_2$ ke dalam kolom B (usahakan supaya lurus).

5.7.3 Peralatan

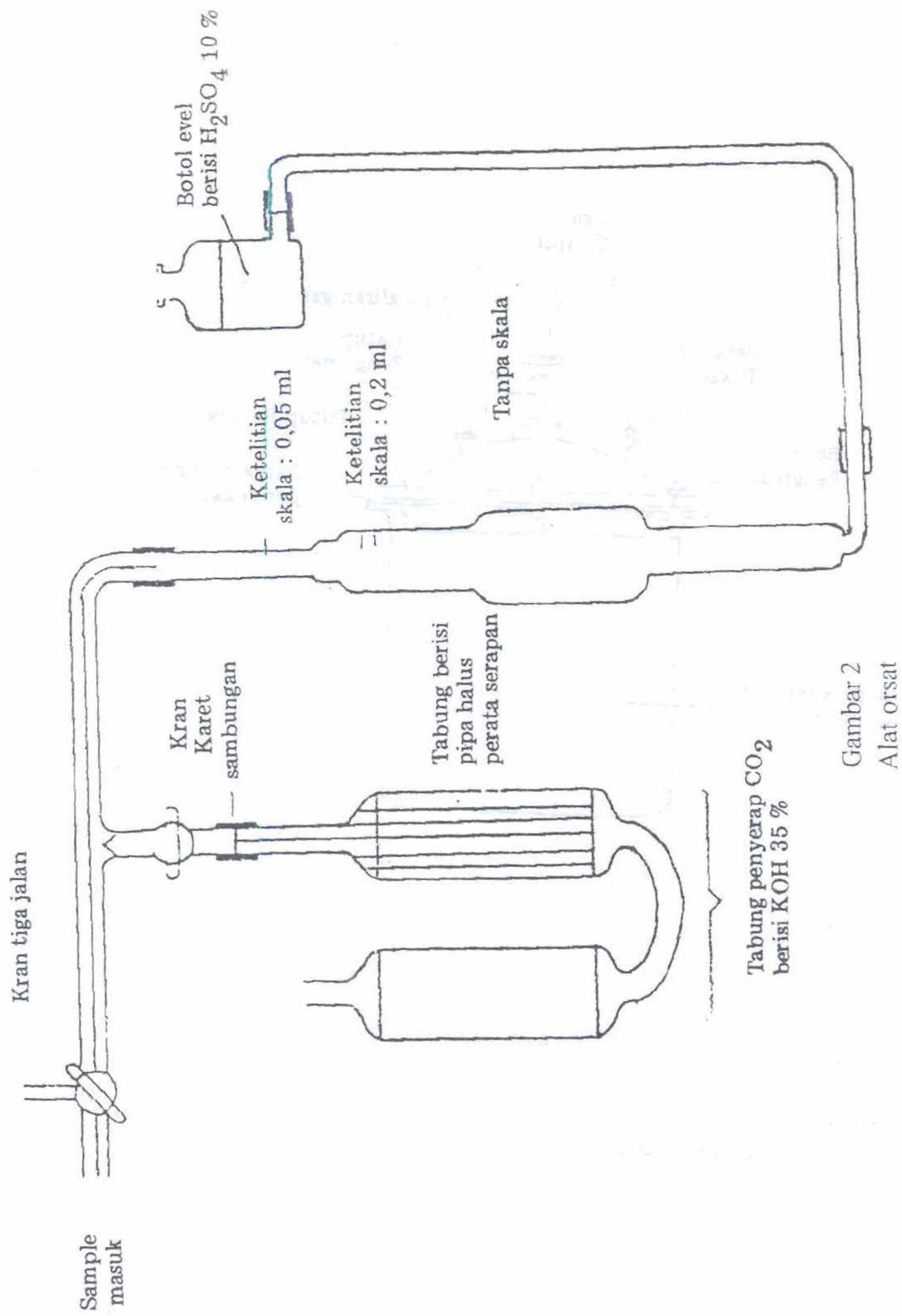
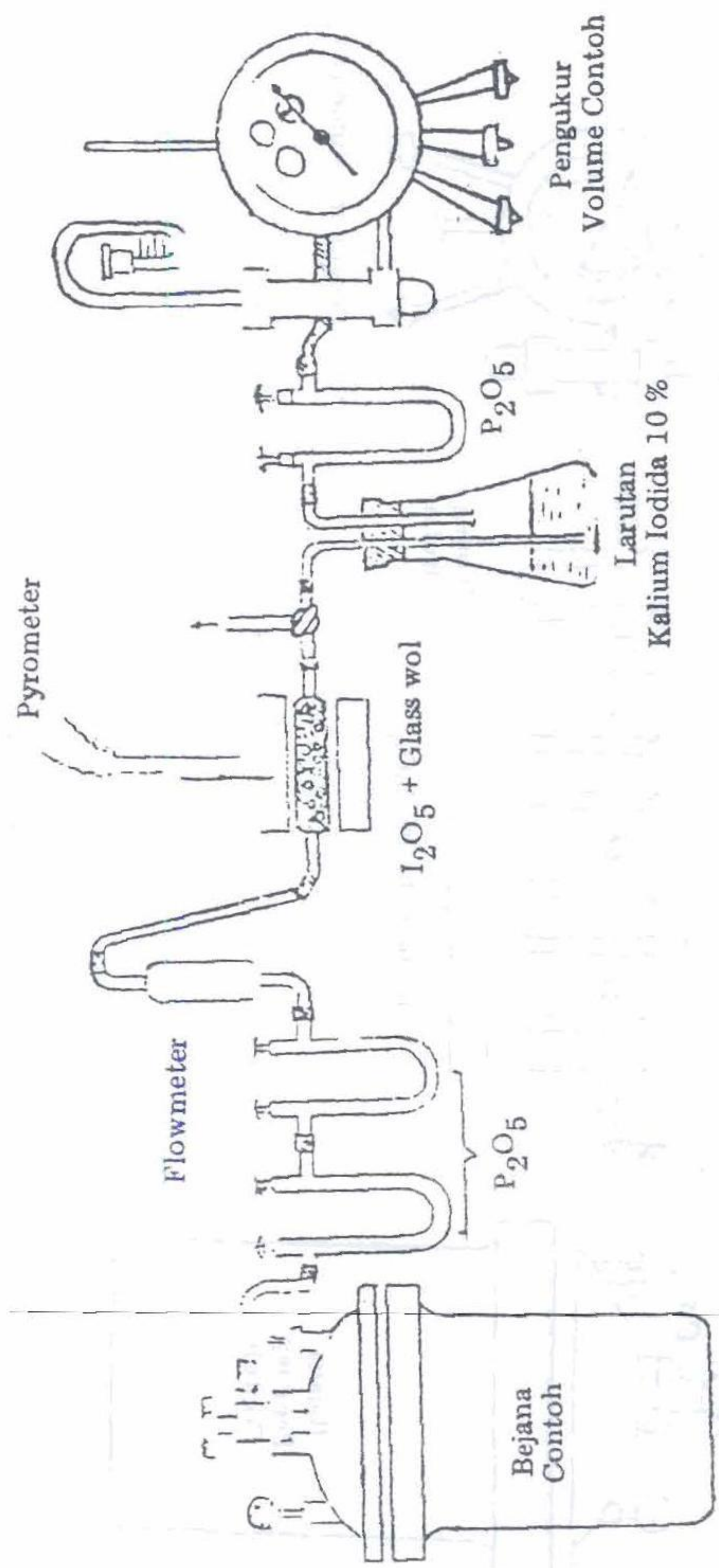
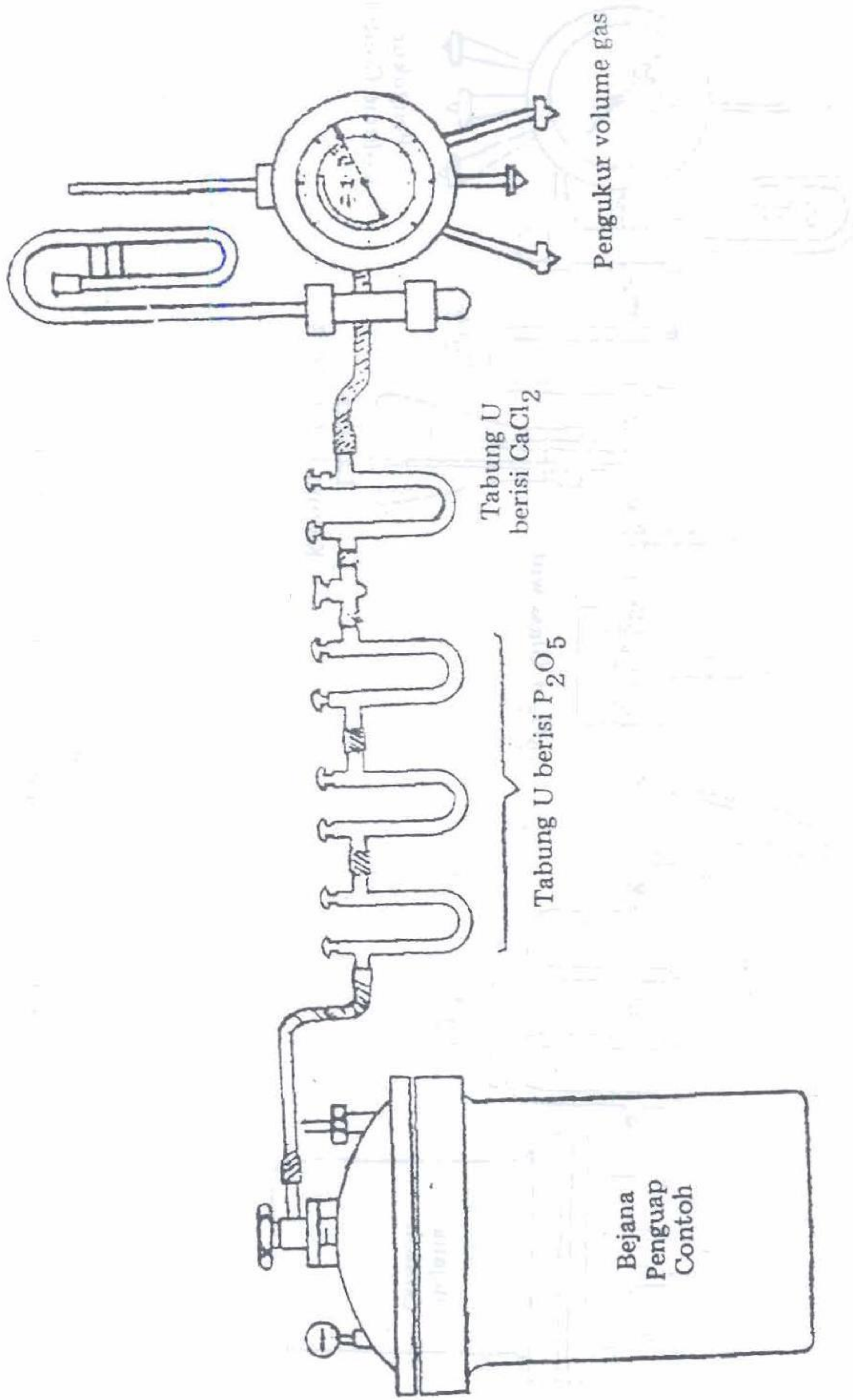
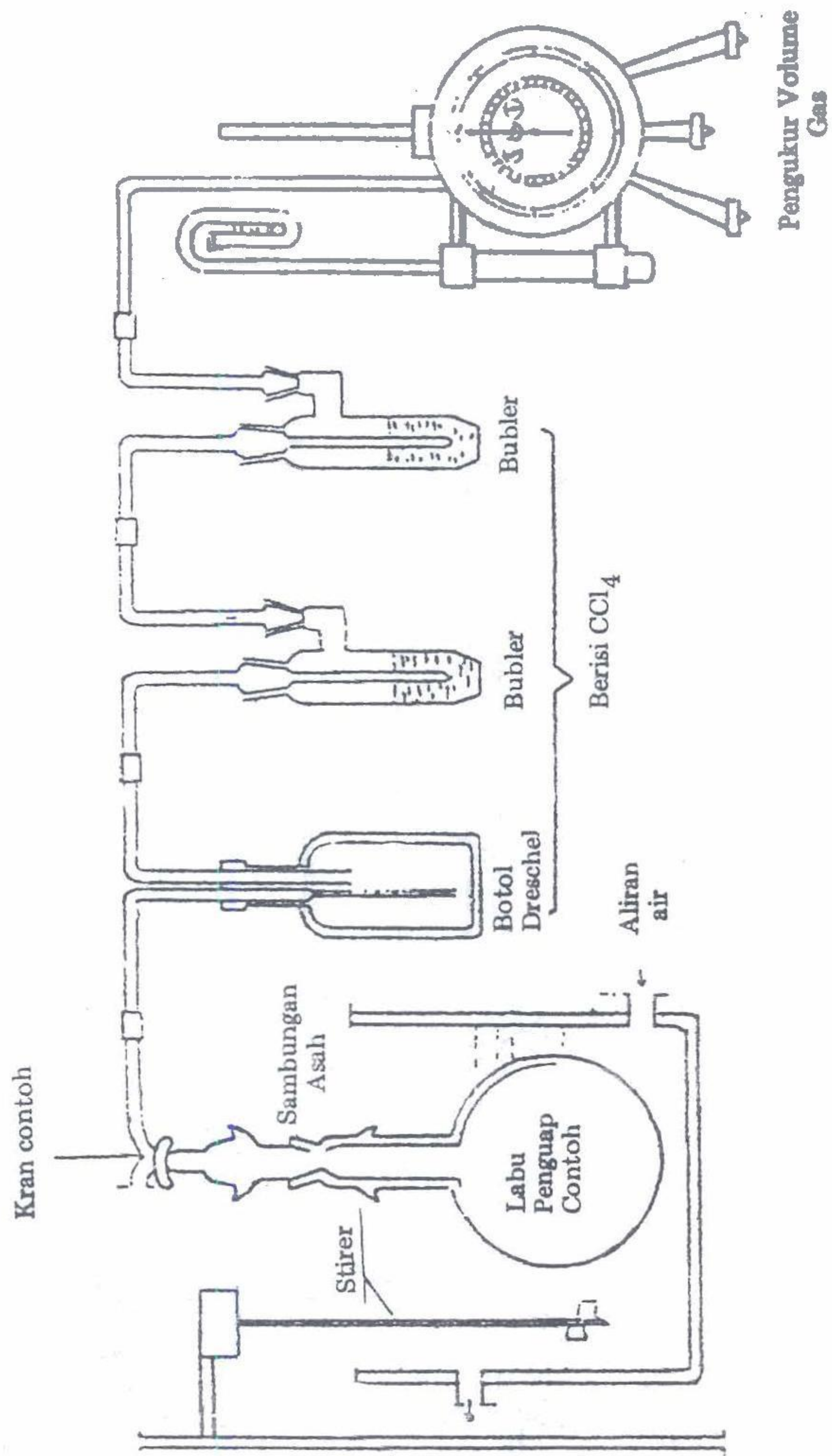
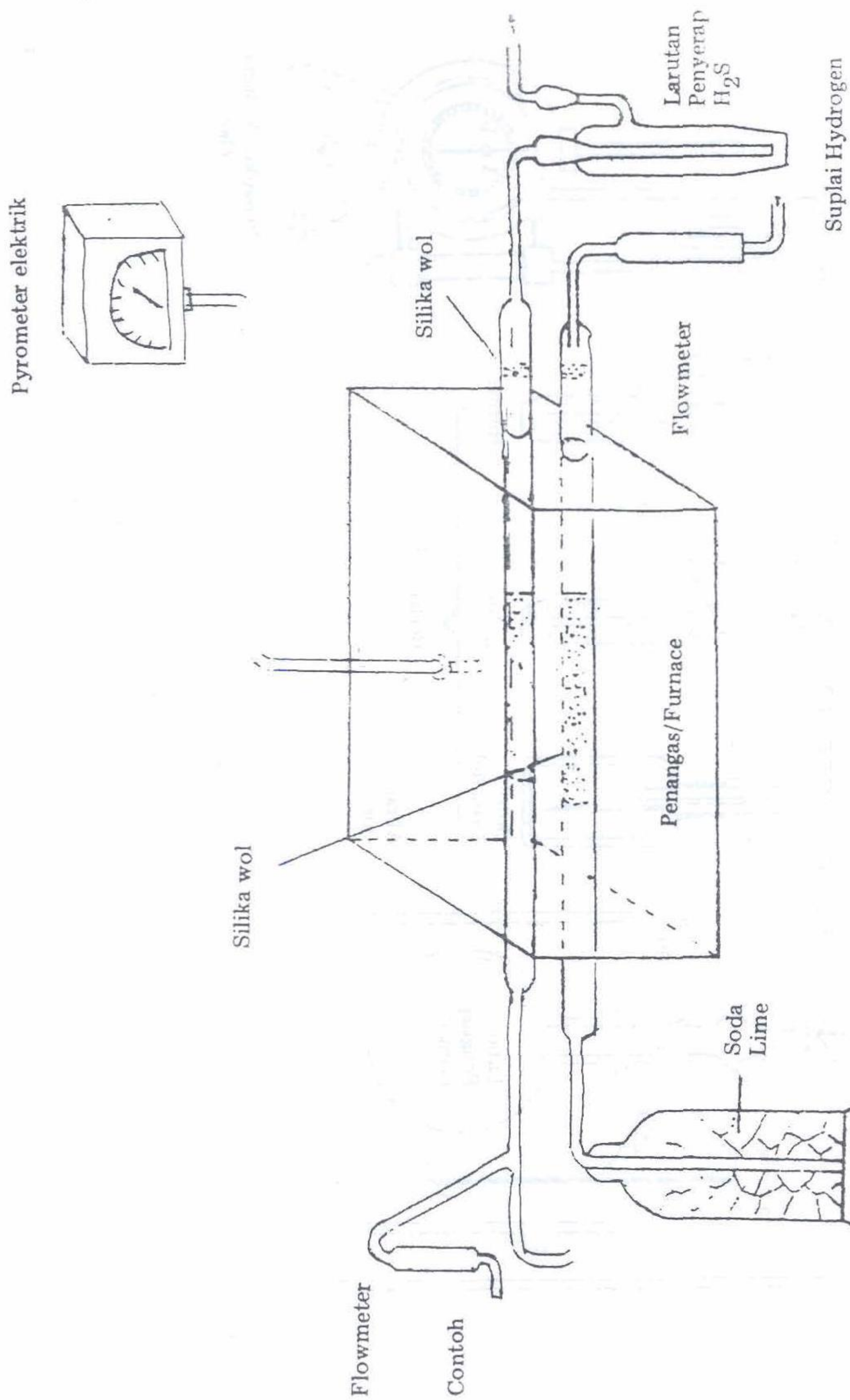
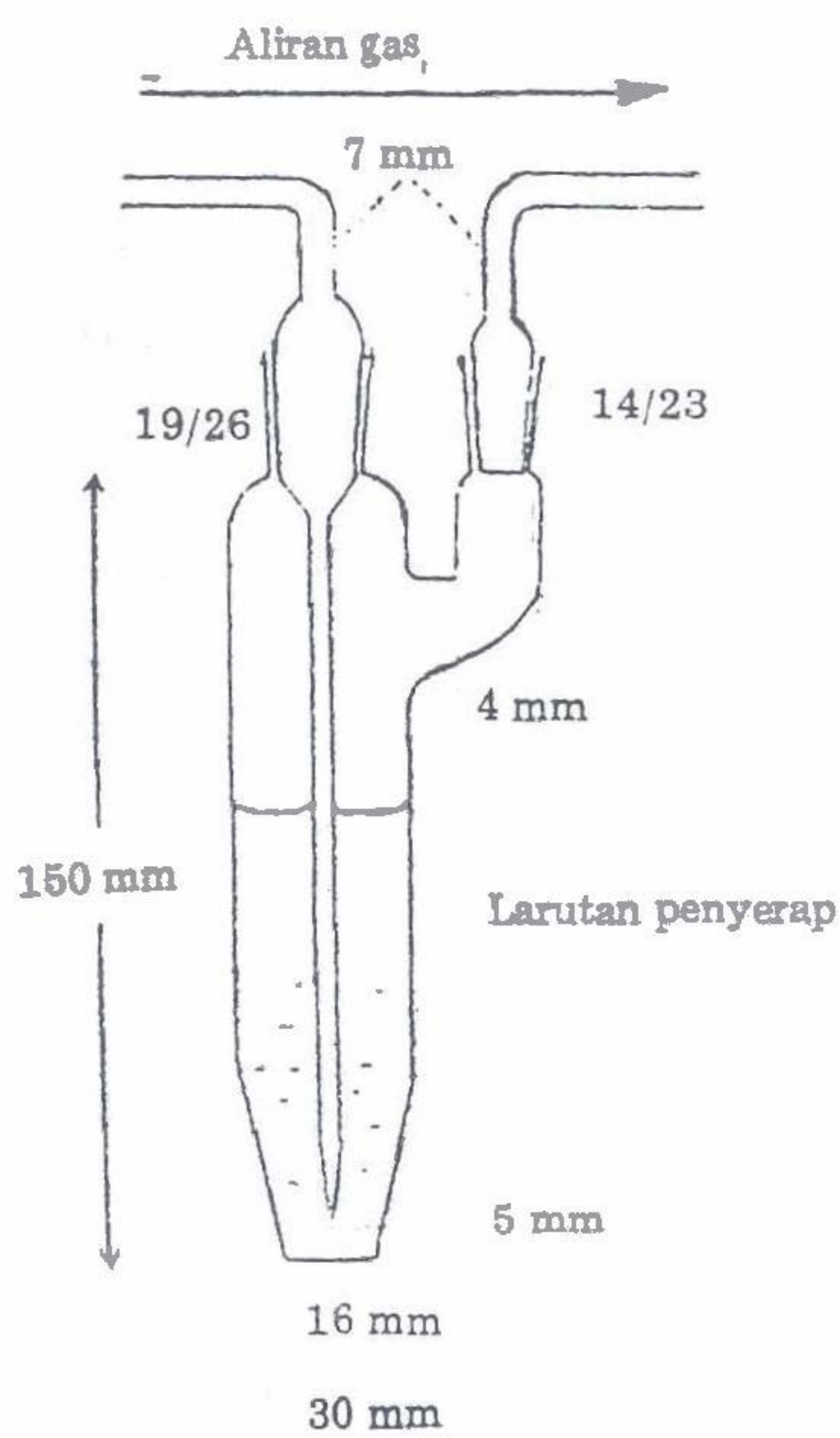
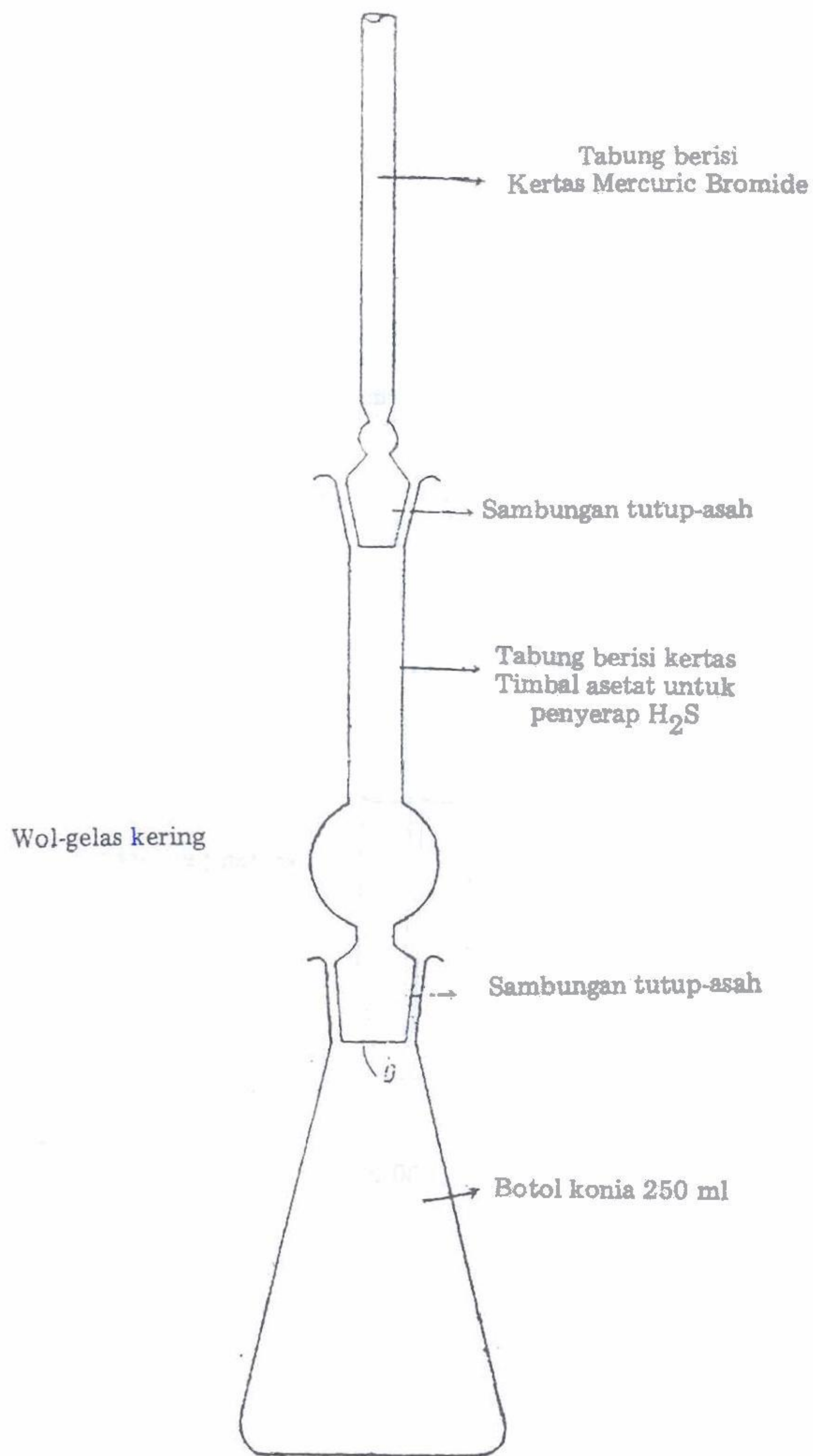
- Labu penguap, volume 1 liter (Gambar 5).
- Generator Gutzeit (Gambar 8).

5.7.4 Prosedur

- Isi labu penguap dengan contoh sampai 0,5 isi labu.
- Uapkan dengan cara merendamkan labu penguap pada circumstat atau air mengalir.

- Setelah habis menguap, residu yang tersisa ditambah dengan 20 ml H_2SO_4 pekat dan 5 ml asam nitrat HNO_3 pekat.
- Diuapkan diruang asam sampai keluar uap SO_3. Dinginkan dan tambah 25 ml air suling dan diuapkan lagi sampai uap NO_2 habis, dinginkan.
- Kemudian dimasukkan ke dalam generator Gutzeit.
- Tambah 7 ml H_2SO_4 (1: 1) dan dinginkan.
- Tambah 15 ml KI 15 %, 4 tetes larutan $SnCl_2$ dan 2 - 5 g logam Zn dan kolom segera dipasang.
- Biarkan selama 1,5 jam.
- Warna kuning menunjukkan adanya arsen dan dapat dibandingkan dengan warna standar yang dibuat dengan cara yang sama.

Gambar 1
Bejana penguap contoh

Çara kerja:

- Alat dibuka dan dikeringkan
- Isi padatan dry ice 2 - 3 kg
- Tutup bejana secepatnya dan rapatkan kuat-kuat penutup dengan baut pengikat.
- Kran dan katup pengaman dibuka selama 20 menit
- Tutup katup pengaman dan melalui pipa kran; uap/gas diisap dengan vakum, selama 5 menit. Setelah itu kran ditutup dan tekanan dibiarkan naik.
- Selanjutnya uap/gas dapat dipakai sebagai contoh

Gambar 2
Alat orsat

Gambar 3
Alat untuk penetapan kadar karbon monoksida

Gambar 4
Alat penetapan kadar air

Gambar 5
Alat penyerap untuk penetapan kadar minyak

Gambar 6
Alat penetapan kadar belerang

Gambar 7
Bubler (Tabung larutan penyerap)

Gambar 8
Generator gutzeit (penerapan arsen)